

**SILICA POLISHING DISPERSION\*****Publication number:** JP2003268353**Publication date:** 2003-09-25**Inventor:** OTA KEIJI; HABA SHINICHI; FUKUDA KEIJI; ITO KAZUNORI**Applicant:** RODEL NITTA CO**Classification:****- international:** **B24B37/00; C09K3/14; H01L21/304; B24B37/00; C09K3/14; H01L21/02; (IPC1-7): C09K3/14; B24B37/00; H01L21/304****- european:****Application number:** JP20020070038 20020314**Priority number(s):** JP20020070038 20020314**Report a data error here****Abstract of JP2003268353**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a silicon polishing dispersion satisfying both a polishing rate and dispersion stability of silica.

**SOLUTION:** The silica polishing dispersion comprises both about 0.01-30 wt.% of fumed silica and about 0.01-30 wt.% of colloidal silica. Fumed silica particles have a low zeta potential to give a weak repulsion force between particles, whereas colloidal silica particles are featured in that they have a high zeta potential to give a strong repulsion force between particles. Thus, when a colloidal silica particle lies among fumed silica particles, fumed silica particles are caused to hardly flocculate because of the repulsion force thereof toward the colloidal silica particle having a high zeta potential.

**COPYRIGHT:** (C)2003,JPO

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-268353

(P2003-268353A)

(43) 公開日 平成15年9月25日 (2003.9.25)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 3 C 0 5 8
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H
H 0 1 L 21/304	6 2 2	H 0 1 L 21/304	6 2 2 D

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2002-70038 (P2002-70038)

(22) 出願日 平成14年3月14日 (2002.3.14)

(71) 出願人 000116127

ロデール・ニッタ株式会社

大阪市浪速区桜川4丁目4番26号

(72) 発明者 太田 慶治

三重県員弁郡藤原町藤ヶ丘8-3 ロデー

ル・ニッタ株式会社三重工場内

(72) 発明者 羽場 真一

奈良県大和郡山市池沢町172 ロデール・

ニッタ株式会社奈良工場内

(74) 代理人 100072213

弁理士 辻本 一義

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリカ混合研磨分散液

(57) 【要約】

【課題】 研磨レートとシリカの分散安定性とを両立させることができるシリカ系研磨分散液を提供しようとするもの。

【解決手段】 ヒュームドシリカを約0.01~30wt%とコロイダルシリカを約0.01~30wt%とを共に含有する。ヒュームドシリカ粒子はゼータ電位が低く粒子相互間の反発力が弱い性質がある。一方、コロイダルシリカ粒子はゼータ電位が高く粒子相互間の反発力が強い性質がある。ここでヒュームドシリカ粒子相互間にコロイダルシリカ粒子が混在すると、ヒュームドシリカ粒子はゼータ電位が高いコロイダルシリカ粒子との反発力によって凝集し難くなる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ヒュームドシリカを約0.01～30wt%とコロイダルシリカを約0.01～30wt%とを共に含有することを特徴とするシリカ混合研磨分散液。

【請求項2】 ヒュームドシリカ濃度を約5～13wt%とし、コロイダルシリカ濃度を約0.01～10wt%とした請求項1記載のシリカ混合研磨分散液。

【請求項3】 前記分散液を塩基性物質を含有する水中に添加し、約30 $\mu$ m以下の孔径のフィルターを通過させるようにした請求項1又は2記載のシリカ混合研磨分散液。

【請求項4】 ヒュームドシリカ粒子は約40～300平方m/gの比表面積を有し、コロイダルシリカ粒子は約10～500nmの粒子径を有する請求項1乃至3のいずれかに記載のシリカ混合研磨分散液。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、半導体や電子部品の製造工程で使用される研磨スラリーなどとして利用することができるシリカ混合分散液に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、半導体ウエハの研磨スラリーなどとして利用することができるシリカ系研磨分散液が知られている。

【0003】前記シリカ系研磨分散液のうちコロイダルシリカスラリーは分散安定性に優れているが、シリカ濃度を高くしなければ研磨レートが低いという問題がある。すなわち、コロイダルシリカスラリーは、十分な研磨レートを得るためには高いシリカ濃度が必要となってしまう。

【0004】一方、シリカ系研磨分散液のうちヒュームドシリカスラリーは高い研磨レートを有する反面、凝集しやすく、効率的な分散方法を用いて分散を行ってもコロイダルシリカと比べると分散安定性に欠けるという問題がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこでこの発明は、研磨レートとシリカの分散安定性とを両立させることができるシリカ系研磨分散液を提供しようとするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するためこの発明では次のような技術的手段を講じている。

① この発明のシリカ混合研磨分散液は、ヒュームドシリカを約0.01～30wt%とコロイダルシリカを約0.01～30wt%とを共に含有することを特徴とする。

【0007】ヒュームドシリカ粒子はゼータ電位が低く粒子相互間の反発力が弱い性質がある。一方、コロイダルシリカ粒子はゼータ電位が高く粒子相互間の反発力が

強い性質がある。ここでヒュームドシリカ粒子相互間とコロイダルシリカ粒子が混在すると、ヒュームドシリカ粒子はゼータ電位が高いコロイダルシリカ粒子との反発力によって凝集し難くなる。

【0008】すなわち、ヒュームドシリカを約0.01～30wt%とコロイダルシリカを約0.01～30wt%とを共に含有せしめることにより、図1の「ヒュームドシリカ粒子とコロイダルシリカ粒子のシリカ混合研磨分散液の混合比率とゼータ電位との関係」のグラフに示すように、分散液の系全体としてのゼータ電位がヒュームドシリカ単独の場合（グラフの左端の Colloidal Silica Concentration(%)が「0%」の点）よりも絶対値として上昇し、シリカ粒子間の反発力が増大する。またヒュームドシリカ粒子は研磨レートを向上させることができるので、コロイダルシリカ粒子が単独の場合よりも研磨レートを向上させることができる。

② ヒュームドシリカ濃度を約5～13wt%とし、コロイダルシリカ濃度を約0.01～10wt%としてもよい。

【0009】このように構成すると、分散液が240時間の振盪試験でメジアン粒子径の成長率が5%以下という優れた分散安定性を有することとなる。

【0010】ここで、前記振盪試験とは次の内容である。すなわち50mlの遠沈管にスラリーを20ml入れ、縦型振盪機にセットし、振盪速度が310spm、振盪ストロークが40mmで試験を開始する。そして、240時間経過後に遠沈管を取り外し、分散液のメジアン粒子径を測定して振盪前と比較するものである。

③ 前記分散液を塩基性物質を含有する水中に添加し、約30 $\mu$ m以下の孔径のフィルターを通過させるようにしてもよい。

【0011】このように構成すると、分散液中の粗大粒子が除去できるという利点がある。ここで、約20 $\mu$ m以下の孔径のフィルターを通過させるようにすると更に分散液中の粗大粒子が除去できるという利点があり、約10 $\mu$ m以下の孔径のフィルターを通過させるようにするとより粗大粒子が除去できるという利点がある。

④ ヒュームドシリカ粒子は約40～300平方m/gの比表面積を有し、コロイダルシリカ粒子は約10～500nmの粒子径を有することとしてもよい。

【0012】このような範囲において特に好適に実施することができる。

⑤ この分散液のpHは約8～12の範囲に調整することが分散安定性の点から好ましく、pHをアルカリ性に調整する物質として、水酸化アンモニウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、水酸化マグネシウムなどを例示することができる。

## 【0013】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施の形態を説明する。

【0014】ヒュームドシリカ粒子（比表面積82平方m/

g)を用い、このヒュームドシリカパウダーを水に分散させDI waterとアンモニアとで調整し、そのスラリー(13wt%, pH10.5)を製作した。

【0015】またコロイダルシリカ粒子(粒子径70nm)を用い、このコロイダルシリカパウダーを水に分散させDI waterとアンモニアとで調整し、そのスラリー(13wt%, pH10.5)を作製した。

【0016】前記のようにして作製したヒュームドシリカスラリーとコロイダルシリカスラリーとを混合攪拌し、次のような3種類のシリカ混合研磨分散液を得た。

【0017】第1のシリカ混合研磨分散液の混合比率は、ヒュームドシリカスラリーが96wt%に対しコロイダルシリカスラリーが4wt%とした。出来たシリカ混合研磨分散液全体に対し、混合後のヒュームドシリカ濃度は12.48wt%、混合後のコロイダルシリカ濃度は0.52wt%であった。

【0018】第2のシリカ混合研磨分散液の混合比率は、ヒュームドシリカスラリーが70wt%に対しコロイダルシリカスラリーが30wt%とした。出来たシリカ混合研磨分散液全体に対し、混合後のヒュームドシリカ濃度は9.1wt%、混合後のコロイダルシリカ濃度は3.9wt%であった。

【0019】第3のシリカ混合研磨分散液の混合比率は、ヒュームドシリカスラリーが50wt%に対しコロイダルシリカスラリーが50wt%とした。出来たシリカ混合研磨分散液全体に対し、混合後のヒュームドシリカ濃度は6.5wt%、混合後のコロイダルシリカ濃度は6.5wt%であった。

【0020】なお比較用として、ヒュームドシリカ粒子(比表面積82平方m/g)のみを用いたシリカ研磨分散液(13wt%, pH10.5)を調整した。

【0021】

【実施例】次に、この発明の構成をより具体的に説明する。

【0022】前記第1～3のシリカ混合研磨分散液(実施例)と、ヒュームドシリカのみのシリカ研磨分散液(比較例)の各スラリー試料につき、以下に示す振盪試験にて凝集に対する安定性を評価した。

【0023】すなわち、50mlの遠沈管に各スラリー試料20mlを入れ、縦型振盪機(イワキ産業社製、型式名KM

Shaker V-DX)にセットし、振盪速度が310spm、振盪ストロークが40mmで振盪試験を開始した。一定時間経過後に遠沈管を取り外し、スラリー試料のメジアン粒子径を測定して振盪前と比較した。

【0024】結果を、図2の「シリカ系研磨分散液の振盪時間(日)とメジアン粒子径の成長率との関係」のグラフに示す。なおグラフ中、第1のシリカ混合研磨分散液は「四角」で、第2のシリカ混合研磨分散液は「三角」で、第3のシリカ混合研磨分散液は「×印」で、比較例のシリカ研磨分散液は「菱形」で記載する。

【0025】図2のグラフに示すように、振盪試験結果においてコロイダルシリカ粒子の混合比率が高い方が粒子径の変化率が小さく安定であった。特にコロイダルシリカ粒子の混合比率が30wt%以上のスラリー試料(第2, 3のシリカ系研磨分散液)は240時間の振盪試験においてもメジアン粒子径の成長率が5%未満であった。

【0026】このように、ヒュームドシリカスラリーとコロイダルシリカスラリーを混合することにより分散安定性(動的安定性、研磨時・スラリー循環中の外的力による凝集性など)を向上させることができる。

【0027】また、コロイダルシリカの問題点でもある研磨レートが低い点についても、ヒュームドシリカスラリーと混合することにより研磨レートを向上させる事が出来る。さらに、高速研磨が可能であるが研磨時に凝集してスクラッチの原因となり易いというヒュームドシリカスラリーの欠点をも改善することができる。

【0028】

【発明の効果】この発明は上述のような構成であり、次の効果を有する。

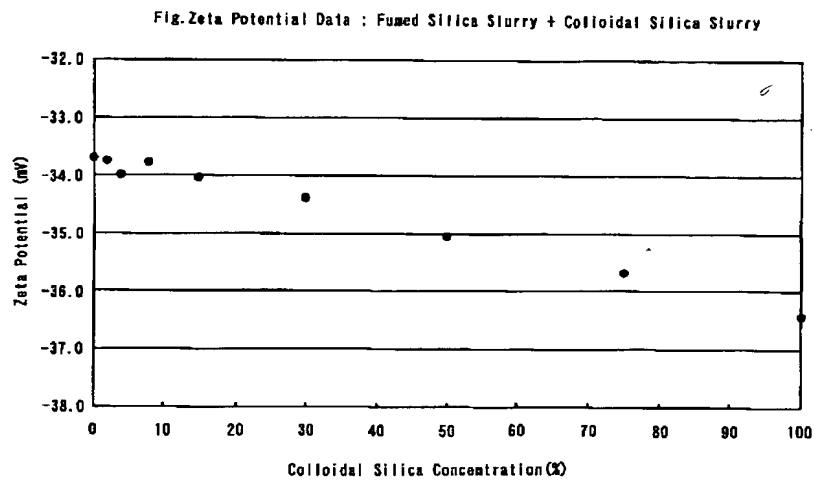
【0029】分散液の系全体としてのゼータ電位がヒュームドシリカ単独の場合よりも上昇しシリカ粒子間の反発力が增大するのでシリカの分散安定性を向上させることができると共に研磨レートを向上させることができるシリカ系研磨分散液を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

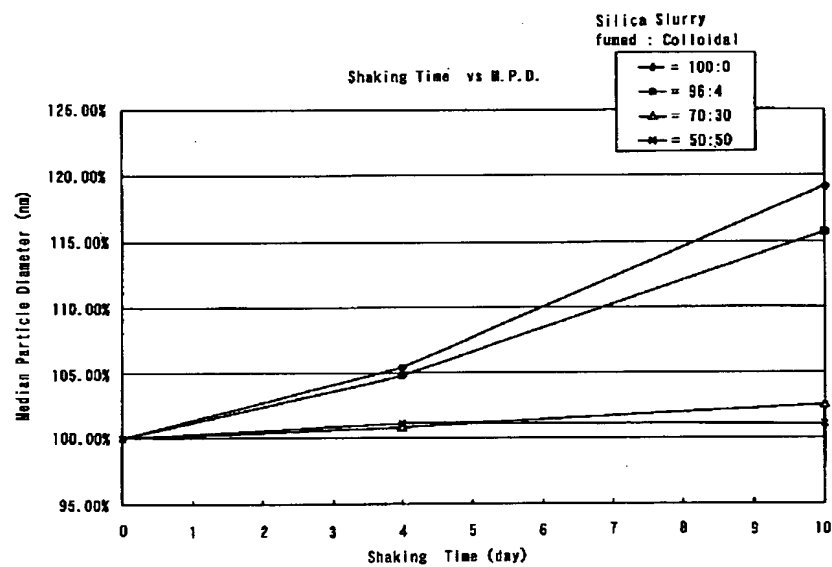
【図1】ヒュームドシリカ粒子とコロイダルシリカ粒子のシリカ混合研磨分散液の混合比率とゼータ電位との関係を示すグラフ。

【図2】シリカ系研磨分散液の振盪時間(日)とメジアン粒子径の成長率との関係を示すグラフ。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 福田 啓司  
三重県員弁郡藤原町藤ヶ丘8-3 ロデー  
ル・ニッタ株式会社三重工場内

(72)発明者 伊藤 一則  
奈良県大和郡山市池沢町172 ロデール  
ニッタ株式会社奈良工場内  
Fターム(参考) 3C058 AA07 AC04 DA17